

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-106704

(P2001-106704A)

(43) 公開日 平成13年4月17日 (2001. 4. 17)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト [*] (参考)
C 0 8 F 2/01		C 0 8 F 2/01	4 G 0 3 6
B 0 1 F 7/24		B 0 1 F 7/24	4 G 0 3 7
11/00		11/00	A 4 G 0 7 8
15/00		15/00	Z 4 J 0 1 1
15/02		15/02	A

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平11-289653

(22) 出願日 平成11年10月12日 (1999. 10. 12)

(71) 出願人 000251211

冷化工業株式会社

宮崎県宮崎郡清武町大字加納甲2020番地10

(72) 発明者 河野 直宜

宮崎県宮崎市本郷2丁目14番地25

(72) 発明者 幡手 泰雄

鹿児島県鹿児島市星ヶ峯4丁目20番地11

(72) 発明者 谷口 徹

宮崎県宮崎郡清武町大字加納甲2020番地10

冷化工業株式会社内

(74) 代理人 100075258

弁理士 吉田 研二 (外 2 名)

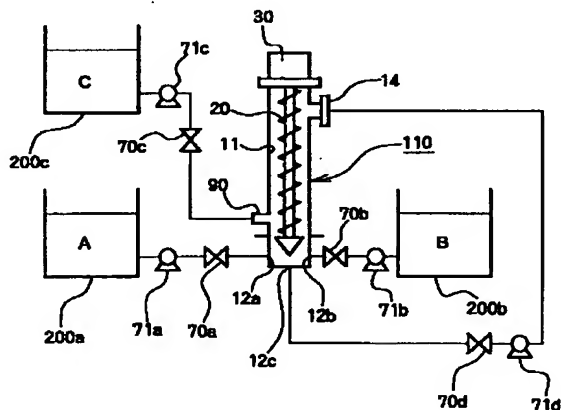
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 攪拌重合装置及びこれを用いた攪拌重合方法

(57) 【要約】

【課題】 分子量分布の狭い、または低分子量の重合物を効率よく製造可能な攪拌重合装置及び重合方法を提供する。

【解決手段】 共重合体を製造する場合、槽200a、200bに貯留されている異なる種類の重合溶液が、それぞれポンプ71a、71bによって攪拌重合装置110に供給され、振動源30の振動により2液は流入口12a、12bから吸引され、導管11内で攪拌体20によって攪拌混合される。更に、槽200cに貯留されている重合開始剤溶液は、ポンプ71cによって注入口90に供給され、振動源30の振動によって注入口90から吸引され、導管11内で攪拌体20によって上記重合溶液と攪拌混合され、重合が開始した重合液は流出口14から排出される。重合が不十分な場合、更にポンプ71dを用いて再度重合液を流入口12cを介して導管11内に供給し、重合反応を促進させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 流入口と流出口とを有し重合溶液を内部に流通させる導管と、

前記導管内にその軸方向に沿って細動自在に支持され、軸とその周囲の径方向に突出形成された複数の攪拌羽根を有する攪拌体と、

前記攪拌体の一端に結合され、前記攪拌体にその軸方向の細動運動を与える振動源と、

を有し、

導管内で前記攪拌体を所定モードで細動させ、前記攪拌羽根による流体の流れの分散合流の繰返しと、前記攪拌羽根の細動による流体の振動によって前記重合溶液を攪拌することによって、重合反応を促進させることを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項2】 請求項1に記載の攪拌重合装置において、

更に、前記導管を多段に仕切ると共に、流体を流通させる流通孔が形成された仕切板と、

前記仕切板で仕切られた複数の混合室と、を有することを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項3】 請求項2に記載の攪拌重合装置において、

更に、前記混合室に少なくとも1つ設けられた注入口を有することを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項4】 請求項1から請求項3のいずれかに記載の攪拌重合装置において、

更に、前記導管の外周には、冷却または加温可能なジャケットが設けられていることを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項5】 請求項1から請求項4のいずれかに記載の攪拌重合装置において、

前記攪拌重合装置は、それぞれ流入口と流出口とを連結して、複数並列に連結させたことを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項6】 請求項1から請求項5のいずれかに記載の攪拌重合装置において、

前記振動源の振動数を制御することによって、重合反応を制御することを特徴とする攪拌重合装置。

【請求項7】 重合溶液を振動攪拌し、必要に応じて冷却または加温を行い重合反応を行うことを特徴とする攪拌重合方法。

【請求項8】 請求項7に記載の攪拌重合方法において、

振動攪拌を行う装置として、バイブロミキサーを単一または複数並列連結させて用いることを特徴とする攪拌重合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は攪拌重合装置及びこれを用いた攪拌重合方法、特に均一な重合反応を促進可

能な攪拌重合装置及びこれを用いた攪拌重合方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来の重合装置は、一般的に、三口または四口フラスコを用いて、各口に攪拌機、冷却管、また必要に応じて温度計、重合開始剤やモノマー溶液等を入れた添加漏斗が装着される。また、上記フラスコは、重合反応を促進するために、湯浴やジャケットを用いて外部から冷却または加温されている。

【0003】また、上記攪拌機として、通常1枚または複数羽根を取り付けた回転型の攪拌機が用いられている。この攪拌機の回転速度を変えることによって、重合物の重合度や重合分布を制御することができている。例えば、ラジカル重合反応の場合は、重合開始剤によってラジカル化されたモノマー同士の衝突頻度を制御することによって重合度等を制御でき、またアニオン重合またはカチオン重合の場合には、重合触媒によってイオン化されたモノマー同士の衝突頻度によって重合度等を制御できる。また、乳化重合または懸濁重合反応の場合は、攪拌機の回転速度に応じて、エマルションの粒径または懸濁滴の粒径が変化する。これによって、これらのエマルションまたは懸濁滴に含まれる重合開始剤または重合触媒とモノマーとの含有量が変化し、重合度等を制御することができる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述の回転型攪拌機では、回転数をあげたとしてもフラスコ内の流体の混合または乱流度合いに限界がある。このため、例えば、低分子量の重合物を製造する場合には、回転数だけでは制御しきれないため、溶液中のモノマー濃度を低くしたり、また分子量分布を極めて狭くするという場合、特に重合開始剤または重合触媒（以下、これらを「重合開始剤等」と略す）の種類を選定して行ったりする必要があった。

【0005】従って、低分子量の重合物を製造する場合には、1回に得られる重合物の収量が少なく効率的ではないという問題があった。また、分子量分布の狭い重合物を得るためには、上述したように、要求に応じた重合開始剤等を選定する必要があるが、汎用の重合開始剤を用いることができない場合、特注または高価な重合開始剤等を使用しなければならず、重合物の製造コストが高くなるという問題があった。

【0006】本発明は、前記の課題を解決するためになされたものであり、攪拌効率を向上させることによって、経済性に優れた重合物製造のための重合装置及び重合方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】前述の課題を解決するために、本発明にかかる攪拌重合装置は、以下の特徴を有

する。

【0008】(1) 流入口と流出口とを有し重合溶液を内部に流通させる導管と、前記導管内にその軸方向に沿って細動自在に支持され、軸とその周囲の径方向に突出形成された複数の攪拌羽根を有する攪拌体と、前記攪拌体の一端に結合され、前記攪拌体にその軸方向の細動運動を与える振動源と、を有し、導管内で前記攪拌体を所定モードで細動させ、前記攪拌羽根による流体の流れの分散合流の繰り返しと、前記攪拌羽根の細動による流体の振動によって前記重合溶液を攪拌することによって、重合反応を促進させることを特徴とする。

【0009】攪拌羽根を細動させて、重合溶液を振動攪拌させることにより、溶液の攪拌効率が向上するため、重合反応が均一化し、例えば分子量分布の狭い重合物を汎用の重合開始剤により行うことが可能となったり、1回の重合反応で得られる低分子重合物の収量を増大することが可能となる。

【0010】(2) 上記(1)に記載の攪拌重合装置において、更に、前記導管を多段に仕切ると共に、流体を流通させる流通孔が形成された仕切板と、前記仕切板で仕切られた複数の混合室と、を有することを特徴とする。

【0011】上記仕切板によって、攪拌羽根と仕切板との間に渦流が発生し、重合溶液の攪拌効率が更に向上する。

【0012】(3) 上記(2)に記載の攪拌重合装置において、更に、前記混合室に少なくとも1つ設けられた注入口を有することを特徴とする。

【0013】重合条件に応じて、混合室に設けられた少なくとも1つの注入口より、連続的にまたは逐次的にモノマーや重合開始剤等を導管内に導入することができる。

【0014】(4) 上記(1)から(3)に記載の攪拌重合装置において、更に、前記導管の外周には、冷却または加温可能なジャケットが設けられていることを特徴とする。

【0015】例えば、アニオン重合やカチオン重合は、連鎖反応を考慮して通常低温で行われる。一方、ラジカル重合、乳化重合及び懸濁重合は、重合開始を促進する場合には温度を上げ、重合が進行して連鎖反応に移行した場合及び連鎖反応を終結させる場合には、重合温度を下げる必要がある。従って、上述のように、導管の外周に冷却または加温可能なジャケットを設けることによって、重合反応の重合条件に応じて適切な温度設定を行うことができる。

【0016】(5) 上記(1)から(4)のいずれかに記載の攪拌重合装置において、前記攪拌重合装置は、それぞれ流入口と流出口とを連結して、複数並列に連結させたことを特徴とする。

【0017】上述のように、攪拌重合装置を並列連結さ

せることによって、重合度、重合分布、モノマーの残存量等を経時観察しながら、逐次重合開始剤等を添加して所望の重合物を得ることができる。

【0018】(6) 上記(1)から(5)のいずれかに記載の攪拌重合装置において、前記振動源の振動数を制御することによって、重合反応を制御することを特徴とする。

【0019】振動数を変えることによって、攪拌条件を変化させることができる。従って、例えば乳化重合の場合には、乳化粒径を変化させて重合度を変えることが可能となったり、他の重合においても、重合度や重合分布を所望の度合いに変化させることが可能となる。

【0020】更に、本発明にかかる攪拌重合方法は、以下の特徴を有する。

【0021】(1) 重合溶液を振動攪拌し、必要に応じて冷却または加温を行い重合反応を行うことを特徴とする。

【0022】振動攪拌、特に常時振動攪拌を行うことにより、攪拌効率が向上するため、上述したように、例えば重合物の収量を下げることなく、または汎用の重合開始剤等を用いて所望の重合物を得ることができる。

【0023】(2) 上記(1)に記載の攪拌重合方法において、振動攪拌を行う装置として、バイプロミキサーを単一または複数並列連結させて用いることを特徴とする。

【0024】バイプロミキサー（登録商標、冷化工業（株）社製）によって重合溶液が振動攪拌されるので、重合溶液の攪拌効率は向上し、所望の重合物を得ることができる。また、バイプロミキサーを複数並列連結することによって、重合状況を経時で観察しながら、逐次重合開始剤等を添加して所望の重合物を得ることができる。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、図を用いて説明する。

【0026】実施の形態1. 図1は、本実施の形態に係る攪拌重合装置100の右半分が断面図として表された全体構成図である。

【0027】図1において、導管10は円筒状に形成されており、その下方開口が流入口12とされている。また、導管10に上部には流出口14が形成されており、流入口12から流入した流体は、導管10内を通り、流出口14から排出される。

【0028】一方、導管10の内部には、攪拌体20が挿入されている。この攪拌体20は、軸部22と攪拌羽根24からなっている。

【0029】そして、軸部22は導管10の上方へ伸び振動源30に接続されている。振動源30は、一對のモータ40と、このモータ40の出力軸42に取り付けられたカム機構からなっている。そして、カム機構は、出

力軸42が偏心して取り付けられた回転部52と、この回転部52の偏心回転によって揺動する揺動部54を有している。そこで、揺動部54の揺動が連結部56を介して軸部22に上下振動として伝えられる。

【0030】また、導管10と振動源30の接続部60には、2つのダイヤフラム62、64が設けられており、導管10内に流通する流体が振動源30に向けて侵入するのを防止している。ここで、2つのダイヤフラム62、64はパイプ上の連結材70によってある程度の範囲が一体的に移動するように接続されており、上部のダイヤフラム64は付勢部材72によって所定の圧力で下方に向けて付勢されている。従って、導管10内の圧力がある程度高くなっても付勢部材72の付勢力によって、これに対向できるようになっている。なお、付勢部材72はネジ74とバネ76からなっており、付勢力をバネ76の移動により調整できるようになっている。

【0031】従って、流入口12より、重合反応に用いる2液以上の重合溶液が流入し、導管10内を流出口14に向けて攪拌振動しながら流通する。そして、この状態において、振動源30によって攪拌体20が上下に振動される。そこで、導管10内に流通する流体である重合溶液は、振動する攪拌体20との接触によって十分に攪拌振動される。ここで、上記重合溶液とは、例えば液状モノマー、モノマーを溶媒に溶解したモノマー液、重合開始剤を溶媒に溶解した重合開始剤溶液、重合触媒を溶媒に溶解した重合触媒溶液などの重合反応に用いる溶液をいう。また、上述の重合溶液から、所望の重合物を得るために必要な2液以上を選択して流入口12より導入する。

【0032】実施の形態2. 図2には、本実施の形態に係る他の攪拌重合装置110の下部の断面図が示されている。なお、実施の形態1と同様の構成要素には同一の符号を付し、その説明を省略する。

【0033】導管11内には、重合溶液を流通させる流通路16が設けられている。また、導管11には、複数の円筒状のパイプ10aと各パイプ10a同士を接続する接合部に介在させる仕切板32が設けられ、パイプ10aと仕切板32とを交互に積み重ねることにより導管11は多段に仕切られる。すなわち、パイプ10a同士を繋ぐ接続部には、周縁の内径がパイプ10aの外径と略同一の大きさで嵌合可能に構成された円盤状の仕切板32が挟み込まれている。そして、仕切板32によって仕切られた導管11内の各空間は、混合室18となる。また、パイプ10aの上下の端面には、仕切板32との接触を確実にし、液体の漏れを防止するためにパッキング36が施されている。なお、パイプ10aと仕切板32とで多段に構成された導管11は、その上下端部をシャフト28aとナット28bとからなる固定具により一体的にか締め固定されている。この固定具は、図2では1個しか図示されていないが、か締め固定の度合い

に応じて複数の固定具を用いることが好ましい。仕切板32の中央には、軸筒26が挿入可能な丸穴34が形成され、この丸穴34は流体を流通させる流通穴を兼用している。

【0034】このような攪拌重合装置110においては、重合溶液が導管11内部に流通された状態で攪拌体20が上限振動し、流通路16にて攪拌重合が行われる。その際、重合溶液は攪拌体20及び仕切板32と衝突し、また仕切板32の流通穴を兼ねる丸穴34を通過して重合溶液が流通されるため、重合溶液の流通速度が制限される。そして、この状態で攪拌体20が上下振動されるため、更に十分な攪拌振動効果が得られる。

【0035】更に、仕切板32で仕切られた混合室18には、少なくとも1つ以上連通する注入口90が設けられている。図2では、導管11の中央部に設けられた1つの混合室18に注入口90が形成されているが、これに限るものではなく、導管11の4つの混合室18のそれぞれに注入口90を形成してもよいし、1つの混合室18に複数の注入口90を形成してもよい。これにより、注入口90を介して、重合反応を促進される添加剤を連続的または逐次的に導管11内に導入することができる。

【0036】実施の形態3. 図3には、本実施の形態に係る他の攪拌重合装置120の右半分の断面図が示されている。なお、実施の形態1と同様の構成要素には同一の符号を付し、その説明を省略する。

【0037】本実施の形態では、導管10の外周に、冷却または加温可能なジャケット80が設けられている。そして、ジャケット80には、ジャケット内に熱媒体、例えば冷媒や温水を流入させるための流入口82と、熱媒体を排出する流出口84とが設けられている。なお、流出口84から排出された熱媒体は、図示しない恒温装置内で、一定の温度に保持された後、流入口82に再循環されてもよい。

【0038】本実施の形態のように、重合反応を行う導管10内を所定の低温または高温に保つことによって、低温（例えば-30℃～20℃）で行われるアニオン重合やカチオン重合、および重合反応において低温と高温の両方の温度設定が必要なラジカル重合、乳化重合及び懸濁重合のような複数の重合反応を行うことができる汎用性に富む重合装置となる。

【0039】なお、本実施の形態では、上述の実施の形態1に示す構造の導管10部分にジャケット80を装着したが、これに限るものではなく、上述の実施の形態2に示す構造の導管11の部分にジャケット80を装着してもよい。

【0040】実施の形態4. 図4には、本実施の形態の他の攪拌重合装置を適用した重合システムが示されている。

【0041】槽200a、200bには、異なる種類の

重合溶液がそれぞれ貯留されている。例えば、ラジカル重合、懸濁重合、アニオン重合またはカチオン重合の場合には、両槽200a、200bに溶媒に可溶または分散、乳化可能なモノマーを溶解した重合溶液が貯留されている。乳化重合の場合には、どちらかの槽に更に乳化剤が添加される。

【0042】一方、槽200cには、重合開始剤または重合触媒を溶媒に溶解した重合開始剤溶液が貯留されている。

【0043】上述の溶媒としては、水及び有機溶媒を含み、有機溶媒としては、例えばベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族溶媒が好ましいが、これに限るものではない。

【0044】また、モノマーとしては、例えばアクリルアミド、メタクリルアミド等の不飽和脂肪酸アミド類や、アクリル酸、メタクリル酸等の不飽和脂肪酸類や、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸イソアミル、(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸ベンジル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸ジシクロペンタジエン、(メタ)アクリル酸アダマンチル、(メタ)アクリル酸ニルホラン、(メタ)アクリル酸ドデシル、(メタ)アクリル酸ステアシル等の不飽和脂肪酸エステル類、酢酸ビニル、n-メチルピロリドン、ビニルピリジン、ブタジエン、スチレン、スチレンスルホン酸、不飽和脂肪酸のスルホン酸エステル類などが挙げられる。

【0045】ラジカル重合、懸濁重合、乳化重合に用いられる重合開始剤としては、例えば過酸化カリウム、過酸化ナトリウム等の過酸化化合物や、クメンハイドロパーオキシド、ジイソプロピルベンゼンハイドロパーオキシド等のパーオキシド化合物や、パーエステル化合物や、パーカーボネート化合物や、 α 、 α' -アゾビスイソブチロニトリル、 α 、 α' -アゾビス(ジメチルバレロニトリル)等のアゾ化合物などが挙げられる。

【0046】アニオン重合では、重合触媒として、アルカリ金属、金属水酸化物、グリニャール試薬などの求核試薬が用いられる。また、カチオン重合では、重合触媒として、プロトン酸、ハロゲン化金属、安定カルボニウムイオンなどが用いられる。

【0047】乳化重合の際に用いられる乳化剤としては、例えばイソステアリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、アルギン酸、ノナデカン酸、n-トリデカン酸、ラルリン酸、ウンデカン酸等のソルビタン高級脂肪酸や、ロジン石鹸、脂肪酸石鹸、アルキルベンゼンスルホン酸石鹸、アルキルスルホン酸石鹸等を用いることができる。

【0048】必要に応じて、分子量調整剤、無機塩水溶液等を用いることができる。分子量調整剤としては、例えばターシャリドデシルメルカプタン、ノルマルドデシルメルカプタン等を用いることができ、無機塩水溶液としては、例えば重曹、硫酸ナトリウム、食塩、塩化カリウム、ピロリン酸ソーダ等を用いることができる。

【0049】次に、本実施形態を用いた重合方法について説明する。

【0050】共重合体を製造する場合には、槽200a、200bに貯留されている異なる種類の重合溶液が、それぞれポンプ71a、71bによって攪拌重合装置110に供給され、振動源30の振動によって2液は流入口12a、12bから吸引され、導管11内で攪拌体20によって攪拌混合、攪拌懸濁または攪拌乳化される。更に、槽200cに貯留されている重合開始剤溶液は、ポンプ71cによって注入口90に供給され、振動源30の振動によって注入口90から吸引され、導管11内で攪拌体20によって既に攪拌された重合溶液と攪拌混合される。そして、重合が開始した重合液は流出口14から排出される。

【0051】導管11を通過しただけでは、重合収率、重合度等が不十分の場合には、更にポンプ71dを用いて再度重合液を流入口12cを介して導管11内に供給し、重合収率や重合度等をあげることができる。

【0052】なお、ホモポリマーを製造する場合には、槽200aにモノマー溶液を貯留し、一方槽200cに開始剤溶液を貯留して、上述同様に、両液をポンプ71a、71bによって攪拌重合装置110に供給し、振動源30の振動によって2液は流入口12a、12bから吸引し、導管11内で攪拌体20によって攪拌混合して重合反応を行うことができる。そして、重合が開始した重合液は流出口14から排出される。重合が不十分であった場合には、ポンプ71dを用いて再度重合液を流入口12cを介して導管11内に供給し、重合収率や重合度等をあげることができる。

【0053】本実施の形態において、攪拌混合される溶液の流量および2液の混合比は、各バルブ70a~70dの開度によって調節される。

【0054】なお、本実施の形態では、実施の形態2の攪拌重合装置を用いたが、実施の形態1または3の攪拌重合装置を用いてもよい。以下の他の実施の形態についても同様である。

【0055】実施の形態5。図5には、実施の形態1で説明した攪拌重合装置が並列で連結されている多段攪拌重合装置を用いた重合システムが示されている。なお、実施の形態1~4に記載された構成要素と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。また、本実施の形態の並列連結攪拌重合装置による重合方法では、上述の実施の形態4にて説明した、モノマー、溶媒、開始剤等、乳化剤などを用いることとし、その説明はここで

は省略する。

【0056】共重合体を製造する場合には、A槽およびB槽に、異なる種類の重合溶液が貯留されている。そして、これらの重合溶液は、それぞれポンプ50a、50bによって攪拌重合装置100aに供給され、振動源30の振動によって2液は流入口12a、12bから吸引され、導管10内で攪拌体20によって攪拌混合、攪拌懸濁または攪拌乳化され、流出口14より排出される。流出口14から排出された攪拌混合液は、攪拌重合装置100bの流入口12aより吸引され、更に攪拌混合される。そして、十分に攪拌混合された溶液は、攪拌重合装置100mの流入口12aより吸引される。一方、C槽には、開始剤溶液が貯留されており、ポンプ50cによって攪拌重合装置100mに流入口12bを介して供給される。

【0057】開始剤溶液と混合され重合が開始された重合液は流出口14から排出され、その後複数の攪拌重合装置n、・・・、攪拌重合装置xを経てD槽にて重合が停止される。

【0058】なお、攪拌重合装置xを経た重合液を更に図示しない攪拌重合装置に導入すると共に、予め用意しておいた停止剤含有溶液も攪拌重合装置に導入することによって、重合を停止させてもよい。

【0059】また、上記製造方法は、2種類のモノマーを用いた重合に関して述べたが、例えば3種類以上のモノマーを逐次添加して、例えばグラフト重合等の重合を行う場合には、多段の各攪拌重合装置にモノマーを流入口から導入することによって、達成することができる。また、実施の形態2の攪拌重合装置を用いれば、逐次開始剤等を追加添加することができ、分子量分布を狭くコントロールすることも、容易になるとともに、重合物の収率を向上させることができる。また、乳化重合を行う場合には、A槽またはB槽のいずれかに、上述の乳化剤を予め添加しておいてもよい。

【0060】また、アニオン重合またはカチオン重合の場合には、実施の形態3の攪拌重合装置を用い、多段配置することによって、所望の重合物を得ることができる。

【0061】なお、攪拌混合される溶液の流量および各溶液の混合比は、各バルブ60a～70cの開度によって調節される。

【0062】実施の形態6、図5では、攪拌重合装置が起立させて（縦置き）複数並列に連結されていたが、本実施の形態では、図6に示すように、実施の形態1で説明した攪拌重合装置が寝かせて（横置き）並列で連結されている多段攪拌重合装置となっている。なお、実施の形態1～5に記載された構成要素と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。また、本実施の形態の並列連結攪拌重合装置による重合方法では、上述の実施の形態4にて説明した、モノマー、溶媒、開始剤等、

乳化剤などを用いることとし、その説明はここでは省略する。

【0063】攪拌重合装置の置き方によって、流通する流体の乱流度合い等が変化するため、所望の重合物を得るために攪拌混合具合を考慮して、縦置きまたは横置きを選択することが好ましい。

【0064】なお、上記実施の形態1～6に示された攪拌重合装置として、パイロミキサー（登録商標、冷化工業株式会社製）を用いることが好適である。また、パイロミキサーの攪拌体は、スクリー型であっても、ディスク型であってもよい。また、攪拌体の攪拌羽根に複数の貫通穴が設けられていてもよい。

【0065】

【発明の効果】以上のように、本発明に係る攪拌重合装置によれば、攪拌羽根を細動させて、重合溶液を振動攪拌させることにより、溶液の攪拌効率が向上するため、重合反応が均一化し、例えば分子量分布の狭い重合物を汎用の重合開始剤により行うことが可能となったり、1回の重合反応で得られる低分子重合物の収量を増大することが可能となる。

【0066】また、導管内に仕切板を設けて混合室と注入口を設けることによって、攪拌羽根と仕切板との間に渦流が発生し、重合溶液の攪拌効率が更に向上する。また、重合条件に応じて、混合室に設けられた少なくとも1つの注入口より、連続的にまたは逐次的にモノマーや重合開始剤等を導管内に導入することができる。

【0067】更に、導管の外周に冷却または加温可能なジャケットを設けることによって、重合条件に最適な温度で重合反応を行うことができる。

【0068】また、攪拌重合装置を並列連結させることによって、重合度、重合分布、モノマーの残存量等を経時観察しながら、逐次重合開始剤等を添加して所望の重合物を得ることができる。

【0069】また、本発明にかかる攪拌重合方法によれば、振動攪拌、特に常時振動攪拌を行うことにより、攪拌効率が向上するため、上述したように、例えば重合物の収量を下げることなく、または汎用の重合開始剤等を用いて所望の重合物を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係る攪拌重合装置の一実施例の構成を示す要部断面図である。

【図2】 本発明に係る攪拌重合装置の他の実施例の構成を示す断面図である。

【図3】 本発明に係る攪拌重合装置の他の実施例の構成を示す要部断面図である。

【図4】 図2に示された攪拌重合装置を適用した重合システムを示す図である。

【図5】 本発明に係る多段攪拌重合装置を用いた重合システムの一例を示す図である。

【図6】 本発明に係る多段攪拌重合装置を用いた重合

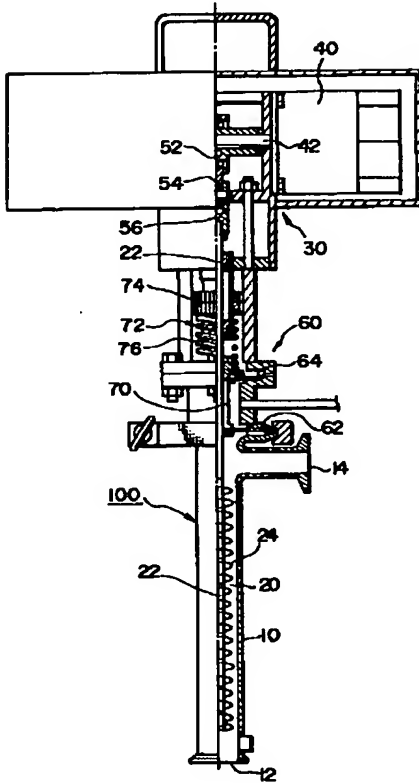
11

システムの他の例を示す図である。

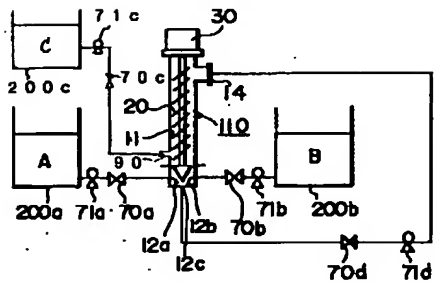
【符号の説明】

10, 11 導管、12, 12a, 12b, 12c 流入口、14 流出口、16 流通路、18 混合室、2

【図1】



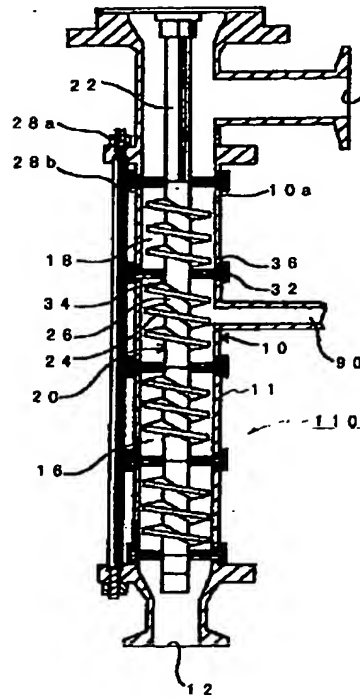
【図4】



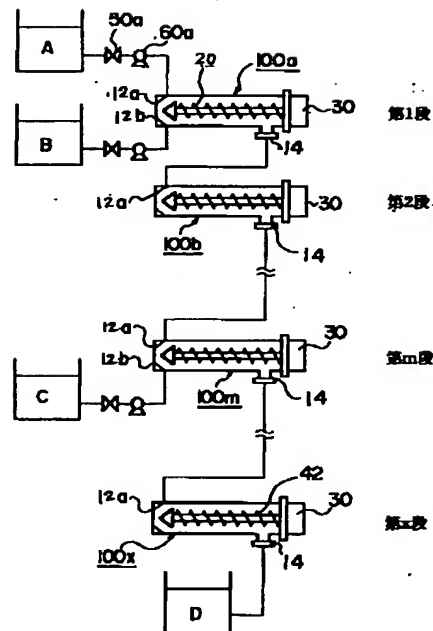
12

0 攪拌体、22 軸部、24 攪拌羽根、32 仕切板、70a, 70b, 70c, 70d バルブ、71a, 71b, 71c, 71d ポンプ、90 注入口、200a, 200b, 200c 槽。

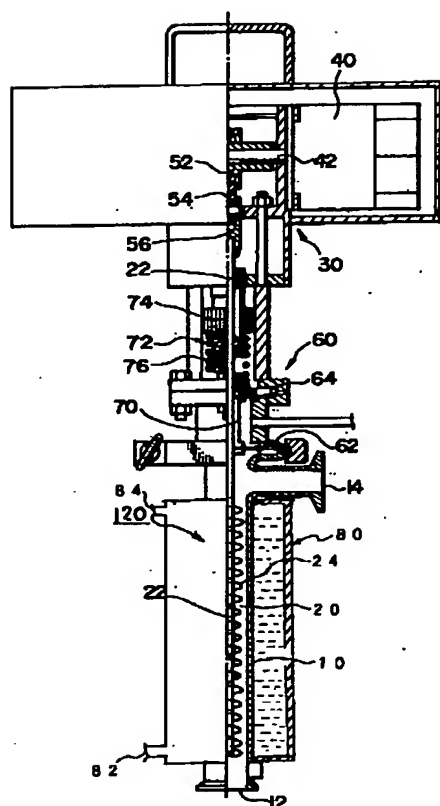
【図2】



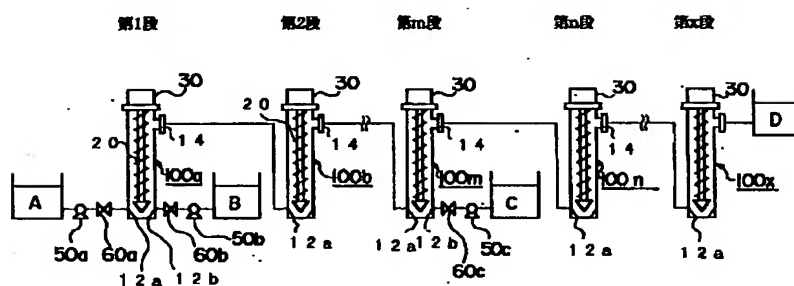
【図6】



【図3】



【図5】



【手続補正書】

【提出日】平成11年10月18日(1999. 10. 18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0048

【補正方法】変更

【補正内容】

【0048】必要に応じて、分子量調整剤、無機塩水溶液等を用いることができる。分子量調整剤としては、例えばターシャリドデシルメルカプタン、ノルマルドデシルメルカプタン等を用いることができ、無機塩水溶液としては、例えば重曹、硫酸ナトリウム、食塩、塩化カリウム、ピロリン酸ソーダ等を用いることができる。なお、本発明の攪拌重合装置を使用し、従来の重合に用いるモ

ノマーや重合開始剤等を用い、公知の重合反応を行って、所望の重合物を得ることもできる。

【手続補正2】

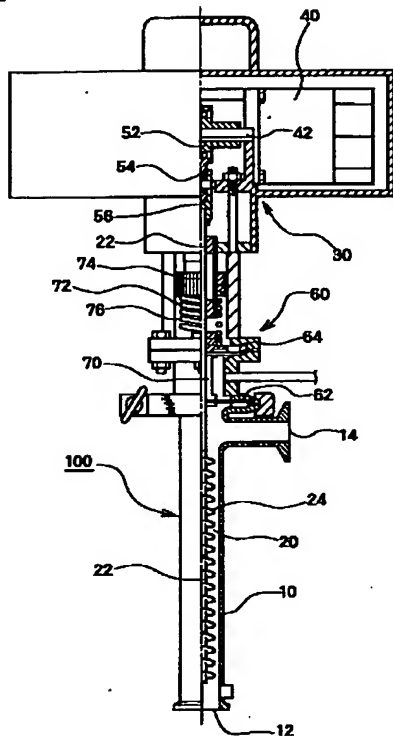
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】



【手続補正3】

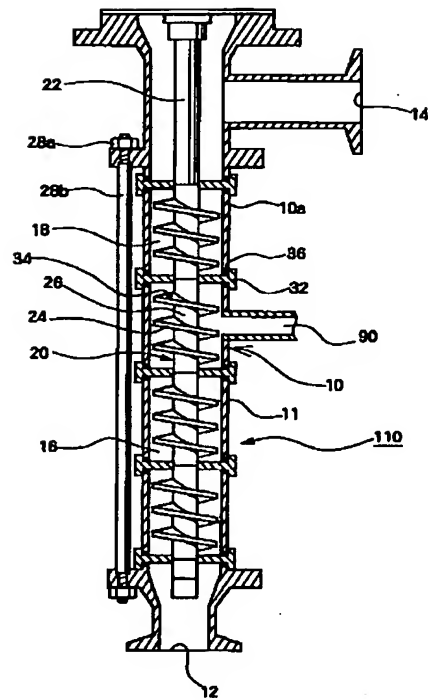
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】



【手続補正4】

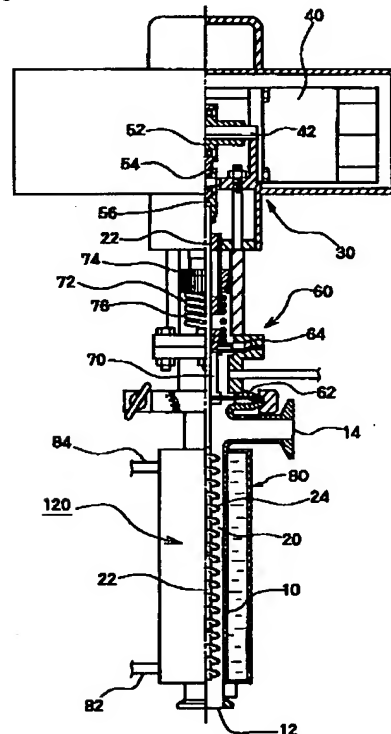
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図3

【補正方法】変更

【補正内容】

【図3】



【手続補正5】

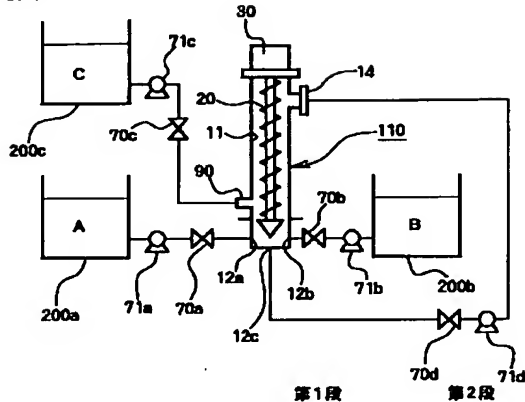
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図4

【補正方法】変更

【補正内容】

【図4】



【手続補正6】

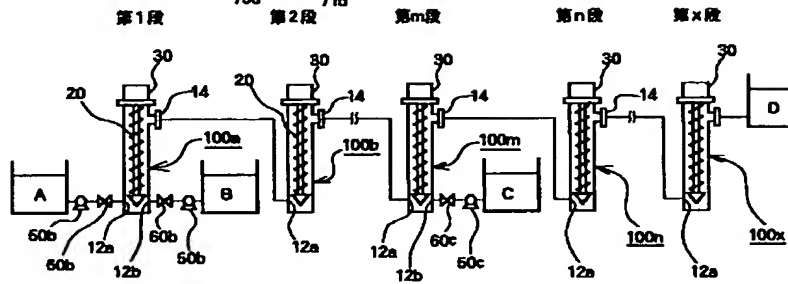
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図5

【補正方法】変更

【補正内容】

【図5】



【手続補正7】

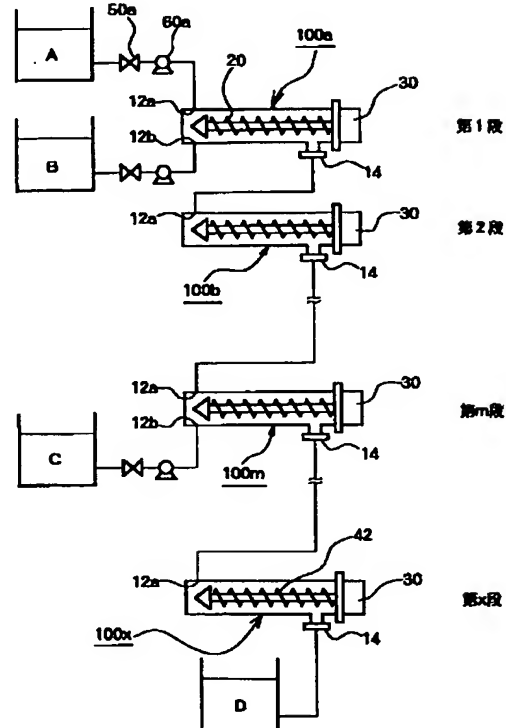
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図6

【補正方法】変更

【補正内容】

【図6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
B 0 1 F 15/06		B 0 1 F 15/06	Z

Fターム(参考) 4G036 AB04 AB30
4G037 AA02 AA11 CA11 DA30 EA04
EA10
4G078 AA01 AA20 AB11 BA05 BA09
CA01 CA07 CA12 CA19 DA08
DB01 EA03 EA10
4J011 AA01 AA05 AA06 BA01 BA06
DA01 DA03 DA04 DB05 DB13
DB15 DB19 DB32 DB33

DERWENT-ACC-NO:	2001-351525
DERWENT-WEEK:	200166
COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD	
TITLE:	Stirring polymerization apparatus has vibrator provided at one end of stirrer to impart fibrillation in predetermined mode within pipe and to accelerate polymerization reaction

PATENT-ASSIGNEE: REIKA KOGTO KK[REIKN]

PRIORITY-DATA: 1999JP-0289653 (October 12, 1999)

PATENT-FAMILY:					<input type="checkbox"/>
PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC	
JP 2001106704 A	April 17, 2001	N/A	011	C08F 002/01	

APPLICATION-DATA:				<input type="checkbox"/>
PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE	
JP2001106704A	N/A	1999JP-0289653	October 12, 1999	

INT-CL (IPC):	B01F007/24, B01F011/00 , B01F015/00, B01F015/02, B01F015/06, C08F002/01
---------------	--

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2001106704A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The pipe (11) with inlets (12, 12a-12c) and outlet (14) is provided inside the stirrer (20) which has **blades** protruding along the radial direction. A **vibrator** (30) provided at one end of stirrer imparts fibrillation in a predetermined mode within the pipe. The polymerization is accelerated by stirring polymerization solution, **vibration** and dispersion of fluid flow by **blades**.

DETAILED DESCRIPTION - Partition **plates** are provided to divide pipe into multistage and a circulation hole is provided for circulating fluid. Mixing chamber with an injection hole is provided and a jacket is provided at the periphery of the pipe. The polymerization reaction is

controlled by the frequency of **vibrator**. An INDEPENDENT CLAIM is also included for polymerization method which involves cooling or heating depending on polymerization performed by oscillation and stirring in a vibro mixer.

USE - Stirring polymerization apparatus.

ADVANTAGE - The stirring efficiency of solution is improved by oscillation and stirring of **vibrator** and stirrer respectively and by introducing monomer and polymerization initiator. The yield of low molecular polymer obtained at one polymerization reaction is increased, and desired polymer is obtained.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the stirring polymerization system.

Pipe 11

Inlets 12,12a-12c

Outlet 14

Stirrer 20

Vibrator 30

CHOSEN-DRAWING:	Dwg.4/6
TITLE-TERMS:	STIR APPARATUS VIBRATION ONE END STIR IMPART FIBRILLATE PREDETERMINED MODE PIPE ACCELERATE REACT

DERWENT-CLASS: A35

CPI-CODES: A10-B01; A10-D04;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:	Polymer Index [1.1] 018 ; P0000 ; L9999 L2506*R ; L9999 L2664 L2506 Polymer Index [1.2] 018 ; ND05 ; K9416 ; N9999 N5709 ; J9999 J2915*R Polymer Index [1.3] 018 ; C999 C000*R ; C999 C293 ; C999 C306 ; C999 C317
----------------------------	--

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2001-108745